

⑫ 公開特許公報(A) 平1-204911

⑤Int.Cl.⁴ C 08 F 222/06 2/06 251/02 識別記号 MLT MAX MQA 庁内整理番号 8620-4J 7224-4J 7731-4J ④公開 平成1年(1989)8月17日 審査請求 未請求 請求項の数 3 (全7頁)

⑤4発明の名称 無水マレイン酸共重合体粒子の製造方法

②特 願 昭63-30507

②出 願 昭63(1988)2月12日

②発 明 者 大 谷 庄 治 大阪府泉南郡阪南町鳥取1174
 ②発 明 者 室 井 愛 行 和歌山県和歌山市金龍寺丁4-1
 ②発 明 者 福 田 昌 弘 和歌山県和歌山市金龍寺丁4-1
 ②発 明 者 津 嶋 力 雄 和歌山県和歌山市秋葉町4-21
 ⑦出 願 人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
 ④代 理 人 弁 理 士 古 谷 馨

明 細 書

1. 発明の名称

無水マレイン酸共重合体粒子の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 無水マレイン酸及びこれと共重合可能な1種又は2種以上のビニル系単量体を共重合させるに際し、それらの単量体を溶解するが、得られる共重合体は溶解しない溶媒中で、セルロースエステル又はセルロースエーテルの存在下で、ラジカル重合を行うことを特徴とする、無水マレイン酸共重合体粒子の製造方法。
2. 無水マレイン酸及びこれと共重合可能な1種又は2種以上のビニル系単量体を共重合させるに際し、それらの単量体を溶解するが、得られる共重合体は溶解しない溶媒中で、エチルセルロースの存在下で、ラジカル重合を行うことを特徴とする、無水マレイン酸共重合体粒子の製造方法。
3. 無水マレイン酸と共重合可能なビニル系単

量体が、炭素数2~22のオレフィン、スチレン系単量体、炭素数1~22のアルキル基をもつアルキルビニルエーテル又は炭素数2~22の脂肪族カルボン酸のビニルエステルのいずれかである請求項1又は2記載の無水マレイン酸共重合体粒子の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は無水マレイン酸共重合体粒子の製造方法に関するものであり、さらに詳しくは接着剤、分散剤、乳化安定剤、バインダー、徐放性薬剤組成物、紙用サイズ剤、セメント混和剤等として有用な、無水マレイン酸共重合体粒子を、球状のかつ粒径のそろった一次粒子として得る方法に関するものである。

(従来の技術及び発明が解決しようとする課題)

従来より、無水マレイン酸共重合体としては種々のものが開発され、例えば木材用、紙用の接着剤、塗料・インキ用バインダー、無機顔料等の分散剤、乳化重合用安定剤、紙用サイズ剤、

セメント混和剤などの用途に供されているが、特にコンクリートの流動性を長時間保持するセメント混和剤、いわゆるスランブロス防止剤として有用である。

このような無水マレイン酸共重合体の中では、従来より、オレフィン-無水マレイン酸共重合体の水溶性塩がセメント混和剤として知られている（特開昭51-101024号公報等）が、例えば、特開昭60-16851号公報、特開昭61-26543号公報等には、炭素数2～8のオレフィンと無水マレイン酸との共重合体そのものをセメント配合物に添加することにより、セメント配合物の流動性を長時間保持し、しかも流動性を一定に保ち、その結果セメント配合物の施工性、作業性を著しく改善しうることが示されている。セメント配合物中のセメント粒子は、通常、水和反応による化学的凝集と、粒子間引力による物理的凝集とにより、徐々に流動性を失うが、このようなセメント配合物に予め上記共重合体を添加しておけば、該共重合体がセメントから溶

出したアルカリによって加水分解を起こして水溶性となり、徐々に表面から水に溶け出す（徐放作用）ことによってセメント分散性を発揮するので、セメント配合物の流動性が長時間保持されると推定されている。

この方法においては、セメント粒子の化学的・物理的凝集によるスランブロスの速度と、該無水マレイン酸共重合体の加水分解速度とのバランスが、セメント配合物のスランブロス防止するために、最も重要な要素となるとされている。

該共重合体の加水分解速度は、その分子量及び粒径によって左右される。スランブロス防止剤として有用な該共重合体の分子量は500～20,000の範囲内であることが好ましい。一方、粒径は0.1～1,000 μm の範囲内であることが望ましく、特に好ましくは0.1～10 μm の範囲である。

しかるに、このような粒径を有する無水マレイン酸共重合体は、通常の方法では得難く、通

常は粒径20 μm ～数ミリの凝集体又は塊状物として得られるため、これを湿式又は乾式の粉砕法にて所望の粒径まで細粒化する必要がある。しかしながら、かかる粒径まで粉砕を行うことは、例えば湿式のサンドミル等でいかに効率良く、粉砕が行われたとしても、多大のエネルギーを要し、製造コストの増加要因となる。更には、粉砕法によって得られる該共重合体粒子は不定形であり、また非常に広い粒径分布を有するために、前述の徐放速度を一定に制御するのが困難である。また、添加剤として用いる際には、例えば水スラリー状態で保存されるが、粒径の大きい粒子が沈降を起こし、品質が不均一となる不都合を生じる。

このような理由から、該共重合体粒子としては、形状が一定であり（例えば球状）、かつ粒径分布が狭いものが望まれている。

一方、上記のようなオレフィンやスチレン系単量体等と無水マレイン酸との共重合体を得る方法として、沈澱重合によるものが多数提案さ

れている。これは、単量体を溶解し得るが重合体は溶解しない溶媒中で重合を行わせ、粉末、粒状あるいは塊状として重合体を得る方法である。溶媒としては、アセトン、メチルエチルケトン等の低級ケトン類、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピル、酢酸ブチル、プロピオン酸メチル等の低級エステル類、ベンゼン、キシレン、トルエン、エチルベンゼン、*n*-又は*i*-ブチルベンゼン、イソプロピルベンゼン等の芳香族系溶媒、ヘキサン、リグロイン等の炭化水素系溶媒及びこれらの混合物などが用いられる。

本発明者らが、実際にこれらの溶媒を用いて検討したところによると、単にこれらの重合溶媒を用いた沈澱重合では、それぞれ次のような欠点が見られた。

即ち、アセトン等の低級ケトン類を用いた場合には、溶媒自体の極性が強く、生成する共重合体を一部溶解してしまう結果、収率が低く、反応器壁への付着物量が多く、更に得られる粒

子は30～数100 μm の不定形の凝集体であった。

次に、特公昭49-6396号公報及び特開昭61-91208号公報に見られるような、酢酸イソプロピル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒を用いた場合には、やはり反応器壁への付着物が多かった。この場合、平均分子量10万以上の共重合体を得ようとした場合には粒径1 μm 前後の粒子形成が見られたが、分子量を5万以下にすると、粒形が全くくずれ、不定形の凝集体となってしまった。

また、特開昭60-99110号公報に見られるような、エチルベンゼン等の芳香族系溶媒を用いた場合、共重合体の溶解性が低下するため、確かに反応器壁への付着量は少なくなったが、得られる共重合体は20～50 μm の粒径を有する不定形の凝集体で、前述のような用途に供するには、やはり粉碎手段が必要であった。

更に、ヘキサン等の炭化水素系溶媒を用いた場合、無水マレイン酸が溶解しないため、重合が均一に行われず、不均一相のまま反応させた

としても塊状の重合物が得られ、取り扱いが困難であった。

この他、混合溶媒を使用する方法（特公昭49-16551号公報等）が提案されているが、本共重合体を一次粒子で得ることは困難である。

一方、このような重合溶媒の中に分散剤を存在させて沈澱重合を行う方法が提案されている。分散剤としては、炭素数20以上の α -オレフィンと無水マレイン酸との共重合体（特公昭62-5927号公報）、炭素数2～8の α -オレフィンと無水マレイン酸との共重合体のハーフエステルまたはハーフアミド（特開昭51-95489号公報）、エチレン-ビニルエステル共重合体（特開昭54-156092号公報）などが挙げられ、確かに反応器壁付着量は低減するものの、共重合体は10～数10 μm の粒径であり、10 μm 以下の微粒子のみを収率よく得るには至っていない。

〔発明の目的〕

本発明の目的は、無水マレイン酸及びこれと共重合可能なビニル系単量体の共重合体を、球

状で、しかも粒径分布が単分散で、且つ凝集体を形成せず、粒径が約10 μm 以下の一次粒子として得る方法を提供することである。

本発明の他の目的は、無水マレイン酸及びこれと共重合可能なビニル系単量体との沈澱重合を行うに際し、反応器壁、攪拌羽根等への重合体の付着が無く、該共重合体粒子を高収率で得ることのできる方法を提供することである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者らは、上記の従来技術の課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、無水マレイン酸及びこれと共重合可能なビニル系単量体を共重合させるに際し、特定の化合物の存在下に沈澱重合させることによって、上記目的が達成されることを見出し、本発明を完成させるに至った。

即ち、本発明は、無水マレイン酸及びこれと共重合可能な1種又は2種以上のビニル系単量体を共重合させるに際し、それらの単量体を溶解するが、得られる共重合体は溶解しない溶媒

中で、セルロースエステル又はセルロースエーテルの存在下で、ラジカル重合を行うことを特徴とする、無水マレイン酸共重合体粒子の製造方法を提供するものである。

本発明において、無水マレイン酸と共重合可能なビニル系単量体（以下、共単量体という）としては、炭素数2～22のオレフィン、スチレン系単量体、炭素数1～22のアルキル基をもつアルキルビニルエーテル、炭素数2～22の脂肪族カルボン酸のビニルエステルのいずれかが好ましい。

炭素数2～22のオレフィンとしてはエチレン、プロピレン、イソブチレン、1-ブテン、2-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、シクロペンテン、2-メチル-1-ブテン、シクロヘキセン、2-メチル-1-ペンテン、3-メチル-1-ペンテン、4-メチル-1-ペンテン、2-エチル-1-ブテン、ジイソブチレン、デセン、ドデセン、オクタデセンなど、直鎖又は分枝のオレフィンを挙げるができる。

スチレン系単量体としては、スチレン、2-メチルスチレン、3-メチルスチレン、4-メチルスチレン、 α -メチルスチレン等を挙げることができる。

炭素数1~22のアルキル基をもつアルキルビニルエーテルとしては、メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、ブチルビニルエーテル、ラウリルビニルエーテル、ステアリルビニルエーテル等を挙げるができる。

炭素数2~22の脂肪族カルボン酸のビニルエステルとしては、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ステアリン酸ビニル等を挙げるができる。

本発明においては、これら共単量体の1種又は2種以上を無水マレイン酸と共重合させるが、上記に例示したものの中でも、炭素数2~8の低級オレフィン、スチレン系単量体、炭素数1~4のアルキル基をもつ低級アルキルビニルエーテルが好ましく用いられ、特にイソブチレン、スチレンが好適である。

も2種以上を混合しても用いうるが、特にトルエン、イソプロピルベンゼン、エチルベンゼン等のアルキルベンゼン類が好ましい。これらの溶媒の量は、得られる共重合体の濃度が5~35重量%になるような量が好ましい。

本発明において用いられる、セルロースエステル又はセルロースエーテルとしては、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースブチレート、セルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートフタレート、メチルセルロース、エチルセルロース、プロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ベンジルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、シアノエチルセルロース等が挙げられ、特に用いる溶媒に溶け易いものが好ましく、セルロースアセテートブチレート、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース等の油溶性セルロース誘導体、なかでもエチルセルロースが好ま

本発明においては、上記共単量体として、主に油溶性の単量体を用いるが、得られる共重合体粒子の特性を調節する等の目的で、アクリル酸、メタクリル酸、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、(メタ)アクリルアミド、ビニルピロリドン等の親水性ビニル系単量体を適宜共存させて重合を行うこともできる。

本発明において、無水マレイン酸と共単量体(2種以上を用いる場合はそれらの合計量)とのモル比は、1/2~2/1の範囲であることが望ましく、より好ましくは1/1.2~1.2/1の範囲である。

本発明において用いられる、無水マレイン酸及び前記共単量体を溶解するが、得られる共重合体は溶解しない溶媒としては、ベンゼン、キシレン、トルエン、エチルベンゼン、 n -又は i -ブチルベンゼン、イソプロピルベンゼン等の芳香族系溶媒、及び酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピル、プロピオン酸メチル等の低級エステル系溶媒が挙げられ、これらは単独で

しい。

本発明は、上記のセルロースエステル又はセルロースエーテルを分散剤として用いて、無水マレイン酸及びこれと共重合可能なビニル系単量体を沈澱重合法により共重合させるものである。

上記セルロース誘導体としては、ゲルパーミューションクロマトグラフィーで求めた重量平均分子量(ポリスチレン又はポリスチレンスルホン酸ソーダ換算)が1,000~800,000のものが適しており、好ましくは10,000~250,000のものである。分子量が1,000より小さいか、あるいは800,000を超えるセルロース誘導体では、無水マレイン酸共重合体を合成する際に分散剤としての効果を示さない。

上記セルロース誘導体の使用量は、無水マレイン酸100重量部に対して0.05~20重量部が望ましい。0.05重量部より少ない場合は分散剤としての効果が乏しく、一方、20重量部より多く用いても分散剤としての効果は特に向上せず、

また得られた共重合体粒子の性能を損なうことになるので、好ましくない。

本発明においては、前述のような溶媒中で上記セルロース誘導体及びラジカル重合開始剤の存在下で、常法に従い、沈澱重合を行う。

ラジカル重合開始剤としては、キュメンヒドロパーオキシド、*tert*-ブチルヒドロパーオキシド、ベンゾイルパーオキシド、ジイソプロピルパーオキシカーボネート、ラウロイルパーオキシド、*tert*-ブチルパーオキシベンゾエート、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウムなどの過酸化物、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルパレロニトリル)などのアゾ系の開始剤等が挙げられるが、特にこれらに限定されるものではない。

これら重合開始剤の使用量は、無水マレイン酸に対し、0.1～20モル%が好適である。

上記セルロース誘導体は、重合の初期から反応系中に存在させておくのが良いが、重合開始剤及び単量体は、重合の初期にまとめて一括添

加しても良いし、重合の進行に伴い、徐々に添加しても良い。

重合温度は、使用する重合開始剤の分解温度や、使用する溶媒の沸点に合わせて選択されるが、通常は30～150℃、好ましくは40～100℃の範囲で行われる。重合温度が低すぎると重合速度の低下をきたし、高すぎると生成する共重合体が、反応器壁に付着し易くなったり、塊状となり易くなる。

重合反応の時間は、通常1～15時間の範囲で適宜設定される。

また、反応は加圧状態で行ってもよいし、共単量体をそのまましくは溶液として滴下しながら、またはガス状の単量体であればこれを吹き込みながら、常圧下で行ってもよい。

このようにして、特定のセルロース誘導体の存在下に沈澱重合を行うことにより、目的とする無水マレイン酸共重合体粒子が得られる。

共重合体の平均分子量は通常約200,000以下であるが、分子量の調節はモノマー濃度、開始

剤の使用量、重合温度等の条件設定によっても行えるし、通常用いられる連鎖移動剤、例えばラウリルメルカプタン、イオウ等のイオウ系化合物、芳香族アミン、脂肪族アミン等の窒素系化合物、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化合物などの存在下に重合を行う方法によっても可能である。

本発明は、目的とする共重合体の分子量が比較的小さい場合、即ち該共重合体の粒子形状のくずれや、反応器壁への付着、収率の低下等が起こり易くなる、約50,000以下に設定したい場合において、特に有用となる。

本発明の方法により得られる無水マレイン酸共重合体粒子は、電子顕微鏡により観察すると、どの部分も球状であり、しかも粒径分布がほとんど単分散である。得られる粒子の大きさは、溶媒の種類、用いるセルロース誘導体の種類及び量、反応条件等によって変化するが、通常0.1～3 μ mの範囲内である。

また、本発明により得られる粒子は、ほとん

ど一次粒子であり、そのまま目的の用途に供されるが、例えば高温時に多少の凝集があったとしても、水に分散したり、あるいはごく簡単な解砕により、もとの一次粒子に戻すことができる。

(発明の効果)

以上、詳細に説明した通り、本発明の方法によれば、無水マレイン酸共重合体を、球状でしかも粒径分布がほとんど単分散であり、且つ凝集体を形成しない一次粒子として得ることができる。

さらにまた本発明によって、反応器壁、攪拌羽根への付着をなくし、高収率で該共重合体粒子を得ることができる。これによって従来困難であった比較的低分子量の該共重合体粒子の製造を容易に行うことができる。

従って収率向上によりコストダウンが図れる他、本発明で挙げたところの、コンクリート用スランブロス防止剤等としての用途に対して、従来行われていた粉砕法による細粒化の煩雑さ、

多大のエネルギーロスという問題点を解決できる上に、優れた性能安定性を与えることができる。

更には、他の用途、例えば顔料の分散剤、エマルジョンやラテックスの乳化安定剤、塗料・インキ用バインダー、紙用サイズ剤、徐放性薬剤組成物などに対しても、溶解、中和などが行い易くなり、作業性及び性能の安定性の面で著しく改善することが可能となる。

(実施例)

以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。尚、例中の「部」は「重量部」である。

実施例-1

攪拌装置、ガス導入管、温度計、冷却管を備え、冷却管の先にはガスバッグのついた1ℓセパラブルフラスコにトルエン607部、無水マレイン酸68.6部及びエチルセルロース〔ハーキュレス社製 エチルセルロース N-7、エトキシ

った。

又、得られたポリマーを水に分散し、NaOHで当量中和して水溶液とした後、ゲルパーミューションクロマトグラフィーで分子量を測定したところ、重量平均分子量14,200（ポリスチレンスルホン酸Na換算）であった。

一方、得られたポリマー粉末を電子顕微鏡で観察したところ、きれいな球状単分散粒子であった。更に、このポリマー粉末を水に分散し、光透過型遠心沈降粒度分布測定器（鶴島津製作所製SACP-3）で粒径及び粒径分布を測定したところ、粒径0.35 μ mの位置に単一ピークが現れ、ほとんど凝集体を形成していないことがわかった。

実施例-2

実施例-1のエチルセルロース N-7の代わりにハーキュレス社製エチルセルロースN-200（エトキシ含有率48%、分子量216,000（ポリスチレン換算））を用いる他は、実施例-1と同様の方法で重合を行った。

ル含有率48%、分子量62,000（ポリスチレン換算））3.4部を入れ、窒素雰囲気中攪拌下に70℃まで昇温した。重合開始剤として、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル6.8部を添加し、続いて別に用意したボンベから、イソブチレンガスをガス導入管から溶液中に導いた。反応温度を70℃に保ったまま、イソブチレンガスを3時間で45部（無水マレイン酸に対するモル比1.14）を連続的に吹き込んだ。イソブチレンガスの導入開始後、溶液はすぐに白濁し、又ガスバッグは膨らまないため、ガスが溶液に効率良く吸収され、重合反応が起こっていることがわかった。ガス吹き込み終了後、更にその温度で2時間攪拌下に熟成した後、冷却した。ポリマーの沈澱物を含んだスラリー状の反応液を取り出し、濾過、乾燥して106部のポリマーの白色粉末を得た。仕込み無水マレイン酸に対する収率は98.1%と高かった。尚、反応液を取り出したセパブルフラスコを点検したが、容器の内壁や攪拌羽根にはほとんどポリマーの付着は見られな

その結果、105部のイソブチレンと無水マレイン酸共重合体粉末が得られ、収率は97.8%で、反応器内壁、攪拌羽根にはポリマーの付着は全く見られなかった。又、得られたポリマー粒子は0.2 μ mの単分散粒子であった。

実施例-3

実施例-1のイソブチレンガスの代わりにスチレン72.8部（無水マレイン酸に対するモル比1.0）を3時間で連続的に滴下する以外は実施例-1と同様の方法で行った。

139部の白色粉末が得られ（収率98%）、これはスチレンと無水マレイン酸との交互共重合体であった。反応器内壁や攪拌羽根へのポリマーの付着は全く見られなかった。実施例-1と同様に分子量及び粒径の分析を行ったところ、重量平均分子量13,100、粒径は0.4 μ mであり、ほとんど凝集物のない単分散粒子であった。

比較例-1

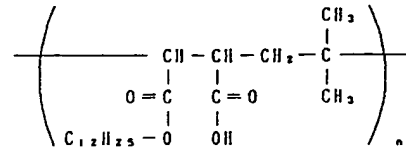
実施例-1において、エチルセルロースを添加しないで、イソブチレンと無水マレイン酸の

沈澱重合を行った。重合終了後、スラリー状の反応液を取り出し、濾過、乾燥して76.5部のポリマーの白色粉末を得た。仕込み無水マレイン酸に対する収率は、71%で低かった。また、反応液を取り出したセパラブルフラスコを点検したところ、容器の内壁や攪拌羽根にポリマーが多量に付着しており、この付着物をかき落として重量を測定したところ、29部であった。

実施例-1と同様にして得られた粉末ポリマーの分子量を測定したところ、重量平均分子量12,200で、分子量については実施例-1とほとんど変わらなかったが、電子顕微鏡で観察したところ、粒子形成は全く見られず、ほとんど20~100 μ mの不定形の塊であった。

比較例-2

実施例-1においてエチルセルロースの代わりに次式で表されるイソブチレンと無水マレイン酸の共重合体のハーフエステル（重量平均分子量10,000）を用いて沈澱重合を行った。



実施例-1と同様の操作を行った結果、反応器壁、攪拌機への付着は比較的少なく、6.4部であった。しかしながら、得られたポリマー粉末を電子顕微鏡で観察すると粒子形成は全く見られず、やはり30~100 μ mの不定形の塊であった。

出願人代理人 古 谷 肇

3/39/1

DIALOG(R) File 345:Inpadoc/Fam.& Legal Stat
(c) 2002 EPO. All rts. reserv.

8837385

Basic Patent (No,Kind,Date): JP 1204911 A2 890817 <No. of Patents: 002>

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applic No	Kind	Date
JP 1204911	A2	890817	JP 8830507	A	880212 (BASIC)
JP 2635076	B2	970730	JP 8830507	A	880212

Priority Data (No,Kind,Date):

JP 8830507 A 880212

PATENT FAMILY:

JAPAN (JP)

Patent (No,Kind,Date): JP 1204911 A2 890817

MANUFACTURE OF MALEIC ANHYDRIDE COPOLYMER PARTICLE (English)

Patent Assignee: KAO CORP

Author (Inventor): OTANI SHOJI; MUROI YOSHIYUKI; FUKUDA MASAHIRO;
TSUSHIMA RIKIO

Priority (No,Kind,Date): JP 8830507 A 880212

Applic (No,Kind,Date): JP 8830507 A 880212

IPC: * C08F-222/06; C08F-002/06; C08F-251/02

CA Abstract No: ; 112(06)036777D

Derwent WPI Acc No: ; C 89-281407

JAPIO Reference No: ; 130510C000086

Language of Document: Japanese

Patent (No,Kind,Date): JP 2635076 B2 970730

MUSUIMAREINSANKYOJUGOTAIRYUSHINOSEIZOHOO (English)

Patent Assignee: KAO CORP

Author (Inventor): OOTANI SHOJI; MUROI YOSHUKI; FUKUDA MASAHIRO;
TSUSHIMA RIKIO

Priority (No,Kind,Date): JP 8830507 A 880212

Applic (No,Kind,Date): JP 8830507 A 880212

IPC: * C08F-002/08; C08F-210/10; C08F-212/08; C08F-222/06

Language of Document: Japanese

2/9/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

008016295

WPI Acc No: 1989-281407/198939

XRAM Acc No: C89-124593

Maleic polyanhydride copolymer fine granules prodn. - by radical polymerising maleic anhydride and vinyl co-monomers in presence of cellulose ether of ester

Patent Assignee: KAO CORP (KAOS)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 1204911	A	19890817	JP 8830507	A	19880212	198939 B
JP 2635076	B2	19970730	JP 8830507	A	19880212	199735

Priority Applications (No Type Date): JP 8830507 A 19880212

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 1204911	A		7		
JP 2635076	B2		5		Previous Publ. patent JP 1204911

Abstract (Basic): JP 1204911 A

Maleic anhydride (MA) copolymer fine granules are produced by radical-copolymerising (a) maleic anhydride and (b) one or more vinyl comonomers in the presence of (c) cellulose ethers or cellulose esters in (d) solvents dissolving (a) and (b) and not dissolving the copolymers formed.

Pref. (b) include 2-22 C olefins, styrene monomers, 1-22C alkyl gp.-contg. alkylvinyl ethers and vinyl esters of 2-22C aliphatic carboxylic acids, partic. isobutylene, styrene. The molar ratio of (a)/(b) is 1/2-2/1 (1/1.2-1.2/1). (c) is pref. ethylcellulose. (c) have a wt. average mol.wt. of 1000-800000 (10000-250000). (c) are used in amts. of 0.05-20 pts.wt. to 100 pts.wt. of (a).

USE/ADVANTAGE - The MA copolymer fine granules are used as adhesives, dispersing agents, emulsion stabilisers, binders, sizing agents for paper, compounding agents for cement. The copolymer granules are obtd. as globular prim. granules having homogeneous granular dia. The grains do not aggregate.

0/0

Title Terms: MALEIC; POLYANHYDRIDE; COPOLYMER; FINE; GRANULE; PRODUCE; RADICAL; POLYMERISE; MALEIC; ANHYDRIDE; VINYL; CO; MONOMER; PRESENCE; CELLULOSE; ETHER; ESTER

Derwent Class: A14; A35; F09; G03; L02

International Patent Class (Main): C08F-002/08

International Patent Class (Additional): C08F-002/06; C08F-210/10; C08F-212/08; C08F-222/06; C08F-251/02

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): A02-A03; A03-A01; A04-F05; A08-S06; A10-B04; F05-A06B; F05-A06C; G02-A05C; G03-B02D; L02-C08

Plasdoc Codes (KS): 3003 0038 0226 0230 1975 1981 3199 2023 2024 2066 2116
2272 2280 2318 2386 2394 2541 2575 2585 2589 2651 2656 2682 2725 3273
2733 3275 0241 1417 2122 0250 0257 0264 0271 0278 0292 0299 0306 0873
0880 0789 0796 0803 0810 0242 0251 0258 0265 0272 0279 0293 0300 0307
0790 0797 0804 0811 0874 0881 1418 2123

Polymer Fragment Codes (PF):

001 014 02& 034 04& 041 046 047 104 105 106 13- 155 157 231 239 240 252
264 265 27& 311 316 318 323 342 355 393 402 408 409 417 442 477 516

002	518	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679
	691	721															
	014	02&	034	04&	041	046	050	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252
	264	265	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516
003	518	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679
	691	721															
	014	02&	034	04&	041	046	051	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252
	264	265	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516
004	518	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679
	691	721															
	014	02&	034	04&	041	046	052	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252
	264	265	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516
005	518	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679
	691	721															
	014	02&	034	04&	041	046	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252	264
	265	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516	518
006	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679	691
	698	721															
	014	02&	034	04&	041	046	053	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252
	264	265	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516
007	518	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679
	691	721	726														
	014	02&	034	04&	041	046	054	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252
	264	265	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516
008	518	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679
	691	721	726														
	014	02&	034	04&	055	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252	264	265
	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516	518	53&
009	532	537	575	58&	583	589	59&	592	593	597	609	623	624	626	679	691	721
	014	02&	034	04&	055	056	104	105	106	13-	155	157	231	239	240	252	264
	265	27&	311	316	318	323	342	355	393	402	408	409	417	442	477	516	518
	53&	532	537	575	58&	583	589	59&	592	59							

532 537 575 58& 583 589 59& 592 593 597 609 623 624 626 679 691 698
721 726

Derwent Registry Numbers: 0426-U; 1858-U